

Process for the preparation of 2,2'-dihydroxybiphenyl compounds

Patent number: EP0035965
Publication date: 1981-09-16
Inventor: RASBERGER MICHAEL DR
Applicant: CIBA GEIGY AG (CH)
Classification:
- **International:** C07C39/15; C07C37/00; C07C37/11
- **European:** C07C37/11; C07C43/178C8B
Application number: EP19810810057 19810223
Priority number(s): CH19800001625 19800229

Also published as:

US4380676 (A1)
JP56135432 (A)
EP0035965 (A3)
EP0035965 (B1)

Cited documents:

DE2653188

Abstract not available for EP0035965

Abstract of corresponding document: **US4380676**

A process for the production of 2,2'-dihydroxy-biphenyls of the formula I (I) wherein the symbols are as defined in claim 1. The process consists in the oxidative coupling of a phenol of the formula II (II) in the presence of a strong inorganic base, with hydrogen peroxide as oxidizing agent. The reaction temperature is in the range from 30 DEG to 100 DEG C. and 1.5 to 4 moles of a base are employed per mole of phenol of the formula II.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)



Europäisches Patentamt

⑯

European Patent Office

Office européen des brevets

⑯ Veröffentlichungsnummer: **0 035 965**
B1

⑯

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

⑯ Veröffentlichungstag der Patentschrift:
18.05.83

⑯ Int. Cl.: **C 07 C 39/15, C 07 C 37/00,**
C 07 C 37/11

⑯ Anmeldenummer: **81810057.0**

⑯ Anmeldetag: **23.02.81**

⑯ Verfahren zur Herstellung von 2,2'-Dihydroxybiphenyl-Verbindungen.

⑯ Priorität: **29.02.80 CH 1625/80**

⑯ Patentinhaber: **CIBA-GEIGY AG, Patentabteilung**
Postfach, CH-4002 Basel (CH)

⑯ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
16.09.81 Patentblatt 81/37

⑯ Erfinder: **Rasberger, Michael, Dr., Waltersgrabenweg 6,**
CH-4125 Riehen (CH)

⑯ Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
18.05.83 Patentblatt 83/20

⑯ Benannte Vertragsstaaten:
DE FR GB IT

⑯ Entgegenhaltungen:
FR-A-2 332 252

Chemical Abstracts Band 37, Nr. 7, 10. April 1943 Columbus, Ohio, USA W.W. WESTERFELD et al. "The oxidation of p-cresol by peroxidase" Spalte 2025-4

EP **0 035 965 B1**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingeleitet, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Verfahren zur Herstellung von 2,2'-Dihydroxy-biphenyl-Verbindungen

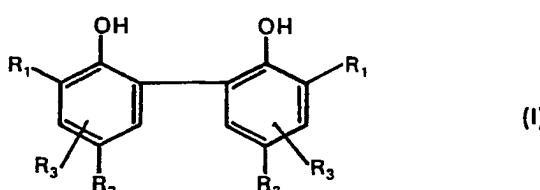
Die vorliegende Erfindung betrifft ein neues Verfahren zum Herstellen von 2,2'-Dihydroxy-biphenyl-Verbindungen.

Es ist bekannt, 2,2'-Dihydroxy-biphenyle durch oxidative Kupplung aus den entsprechenden Phenolen herzustellen. So ist im US 2,885,444 die oxidative Kupplung von Phenolen mittels Sauerstoff beschrieben. Das Produkt wird nur dann in guten Ausbeuten und innerhalb kurzer Reaktionszeit gewonnen, wenn ein technisches Phenol in Gegenwart hoher Laugenkonzentrationen zum Einsatz kommt. Die Reaktion ist schwer kontrollierbar und führt daher zu schlecht reproduzierbaren Resultaten. Ferner ist das Produkt erst nach Zusatz von Säuren isolierbar. Der Einsatz von Sauerstoff in Gegenwart von organischen Lösungsmitteln ist ausserdem wegen der möglichen Bildung von explosiven Gemischen gefährlich. Es wurde daher der Sauerstoff durch Luft ersetzt. Eine technisch interessante Verfahrensführung ist dann allerdings nur in Gegenwart von Katalysatoren, wie Kupferpulver (US 2,785,188), Kupfersalzen (US 3,247,262), oder Kupfer-, Kobalt-, Mangan- oder Chrom-Komplexen von Diketonen oder Ketoester (US 4,097,461) möglich.

Die Wirkung von Wasserstoffperoxid auf oxidative Kupplungsreaktionen von Phenolen wurde ebenfalls untersucht. Westerfeld et al, Journal of Biological Chemistry 145, 463 (1942) hat gefunden, dass die Oxidation von Phenolen mittels Wasserstoffperoxid durch Peroxidase katalysiert werden kann. Das Hauptprodukt der Kupplung von p-Kresol ist allerdings das 2-Oxo-4a-dimethyl-1,2,4a,9b-tetrahydro-dibenzofuran, während dem das gewünschte 2,2'-Dihydroxy-5,5'-dimethyl-diphenyl in einer Ausbeute von weniger als 5% bezogen auf das p-Kresol entsteht.

Es wurde nun ein Verfahren gefunden, welches es erlaubt, Phenole mittels Wasserstoffperoxid oxidativ zu kuppln.

Die vorliegende Erfindung betrifft daher ein Verfahren zum Herstellen von 2,2'-Dihydroxy-biphenyl-Verbindungen der Formel I



worin R₁ und R₂ unabhängig voneinander Wasserstoff, C₁-C₁₈ Alkyl, C₂-C₆ Alkenyl oder ggf. mit einem bis drei C₁-C₄ Alkylresten substituiertes C₆-C₇ Cycloalkyl, Phenyl oder C₇-C₉ Phenylalkyl bedeuten, oder R₁ mit R₃ zusammen einen an die 3,4- beziehungsweise 3',4'-Position gebundenen Butadi-1,3-enyen-1,4-Rest bedeutet, und R₂ ferner eine Gruppe -(CH₂)_nCOOR₄ ist, worin R₄ C₁-C₁₈ Alkyl und n 0, 1 oder 2 bedeuten, und R₃

5 Wasserstoff oder C₁-C₁₈ Alkyl ist, oder R₂ und R₃, falls R₁ Wasserstoff ist, einen über die 4,5- beziehungsweise 4',5'-Stellungen ankondensierten 1,1,3,3-Tetra-methyl-propylenrest bedeuten, dadurch gekennzeichnet, dass man ein Phenol der Formel II



10 15 20 25 30 35 40 45 50 55 60 worin die Symbole R₁, R₂ und R₃, die oben angegebene Bedeutung haben, mittels Wasserstoffperoxid in Gegenwart einer starken anorganischen Base oxidativ kupplt.

R₁, R₂, R₃ und R₄ sind als C₁-C₁₈ Alkyl geradkettiges oder verzweigtes Alkyl, wie Methyl, Äthyl, iso-Propyl, n-Butyl, n-Hexyl, 2-Äthylhexyl, n-Decyl, 1,1,3,3,5,5-Hexamethylhexyl, n-Tetradecyl oder n-Octadecyl. Insbesondere handelt es sich um Alkylreste mit 1-8 C-Atomen, wie Methyl, Äthyl, n-Propyl, iso-Propyl, sec. Butyl, t.Butyl, t.Amyl oder 1,1,3,3-Tetramethylbutyl. R₁ ist in bevorzugten Phenolen der Formel II α -verzweigt. In besonders bevorzugten Phenolen der Formel II haben R₁ und R₂ dieselbe Bedeutung, z. B. t.Butyl oder 1,1,3,3-Tetramethylbutyl und R₃ ist Wasserstoff. Sind R₁ und R₂ ggf. mit 1 bis 3 Alkylgruppen substituiertes C₅-C₇ Cycloalkyl, so kann es sich um Cyclopentyl, o-Methylcyclopentyl, p-Butylcyclohexyl, 2,4,6-Trimethylcyclohexyl, Cyclohexyl, Cycloheptyl, 1-Methylcyclohexyl oder m-Äthylcyclohexyl handeln. Bevorzugt ist Cyclohexyl. R₁ und R₂ sind als C₂-C₆ Alkenyl zum Beispiel Vinyl, Allyl, 2-Butenyl oder 2-Hexenyl.

R₁ und R₂ sind als ggf. mit 1 bis 3 C₁-C₄ Alkylgruppen substituiertes Phenyl, beispielsweise 2,4-Dimethylphenyl, 4-Butylphenyl, 2,4,6-Triäthylphenyl und bevorzugt Phenyl.

R₁ und R₂ sind als ggf. mit 1 bis 3 C₁-C₄ Alkylgruppen substituiertes Phenylalkyl, zum Beispiel o-Methylbenzyl, p-Butylbenzyl, 2-Phenyläthyl, Benzyl oder insbesondere α , α -Dimethylbenzyl.

In bevorzugten Verbindungen bedeutet R₃ Wasserstoff und ist mindestens einer der Reste R₁ oder R₂ von Wasserstoff verschieden.

Bevorzugte Verbindungen, welche nach dem erfindungsgemässen Verfahren hergestellt werden können, entsprechen der Formel I, worin R₁ und R₂ Wasserstoff, C₁-C₁₈ Alkyl, Cyclohexyl, Phenyl oder α , α -Dimethylbenzyl sind und R₃ Wasserstoff ist oder zusammen mit R₂, falls R₁ Wasserstoff ist, ein über die 4,5- beziehungsweise 4',5'-Stellungen ankondensierter 1,1,3,3-Tetramethylpropylenrest bedeutet.

Besondere Bedeutung haben erfindungsgemäss hergestellte Verbindungen der Formel I, worin eines von R₁ und R₂ C₁-C₈ Alkyl und das an-

dere Wasserstoff oder C_1 - C_8 Alkyl bedeutet und R_3 Wasserstoff ist.

Beispiel von Phenolen der Formel II sind:

Phenol, 2-Methylphenol, 2,4-Dimethylphenol, 2,4,-Di-t.-butylphenol, 2-Methyl-4-t.butylphenol, 2-t.Butyl-4-methylphenol, 2,4,-di-t.Amylphenol, 2-Isopropyl-4-t.butylphenol, 2-t.Butyl-3-äthyl-4-methylphenol, 2,5,-Dimethyl-4-t.butylphenol, 2,4-Di-(1',1',3',3'-tetramethylbutyl)-phenol, 2,4,5-Trimethylphenol, 4-Nonylphenol, 4-Dodecylphenol, 2-t.Butyl-4-(1',1',3',3'-tetramethyl)-phenol, 2-(1',1',3',3'-Tetramethyl)-phenol, 2-Cyclohexylphenol, 2-Phenyl-4-t.butylphenol, 2-Benzylphenol, 2-(o-Methylcyclohexyl)-phenol oder 1,1,3,3,-Tetramethyl-5-hydroxy-2,3-dihydroindol.

Die erfundungsgemäss Reaktion verläuft bei Temperaturen zwischen 30 bis 100°C nahezu quantitativ. Die Reaktionszeiten sind sehr kurz und liegen bei Temperaturen zwischen 50 und 90°C unterhalb von 5 h. Die Reaktion kann bei einem Druck bis zu 30 atm durchgeführt werden. In der einfachsten und daher bevorzugten Verfahrensvariante wird allerdings kein Druck angewendet.

Das neue Verfahren ist nicht zuletzt deshalb technisch von Bedeutung, als dass relativ geringe Mengen an anorganischen Basen zum Einsatz kommen. Es hat sich gezeigt, dass 1,5 bis 4,0 Mol, bevorzugt 1,8 bis 3 Mol und insbesondere 2 Mol einer anorganischen Base bezogen auf 1 Mol des eingesetzten Phenols der Formel II ausreichen, um zu grosstechnisch sinnvollen Resultaten zu kommen. Grössere Basenmengen sind selbstverständlich auch möglich, doch ist es von grosser ökologischer Bedeutung, grosse Basenmengen zu vermeiden. Als starke anorganische Basen kommen insbesondere Alkali- und Erdalkali-hydroxide und -carbonate in Frage. Es handelt sich bevorzugt um Natrium- oder Kaliumhydroxid.

Das erfundungsgemäss Verfahren wird vorteilhaft in einem Lösungsmittel durchgeführt. Als Lösungsmittel haben sich besonders Wasser oder C_1 - C_4 -Alkohole, wie Methanol, Äthanol, Isopropanol oder Butanol, bzw. deren Gemische mit sich selbst oder mit Wasser, bewährt. Es eignen sich auch Kohlenwasserstoffe, wie Hexan, Benzol oder Toluol; chlorierte Kohlenwasserstoffe, wie Chloroform, Chlorbenzol oder Dichlorbenzol; und ferner Amide, wie Dimethylformamid oder Dimethylacetamid. Um zu den gewünschten hohen Raum-Zeit-Ausbeuten zu kommen, wird bevorzugt in möglichst konzentrierten Lösungen gearbeitet.

In der Regel wird Lauge und Phenol im Lösungsmittel vorgelegt, auf die Reaktionstemperatur erwärmt und dann das Wasserstoffperoxid zugetropft. Im allgemeinen werden wässrige handelsübliche H_2O_2 -Lösungen verwendet, welche meist 30 bis 126 Vol-% Wasserstoffperoxid enthalten. Es werden in der Praxis stöchiometrische Mengen Wasserstoffperoxid eingesetzt, was bedeutet, dass das Volumen des Reaktionsgemisches nicht allzu stark zunimmt. Es kann auch ein Überschuss an H_2O_2 im Reaktionsmedium vorhanden sein.

Ein weiterer Vorteil dieser relativ konzentrierten Lösungen ist, dass der Kontakt mit dem Phenol rasch und intensiv ist, was zu den guten Raum-Zeit-Ausbeuten führt, wie sie mit gasförmigen Oxidationsmitteln nicht erreicht werden können.

Es ist bekannt, Reaktionen der vorliegenden Art oberflächenaktive Substanzen beizumengen, vor allem um feste Substanzen besser zu dispergieren, aber auch, um die Reinigung der Reaktionsgefässe zu vereinfachen. Oberflächenaktive Substanzen (dispersants, surfactants) sind organische Substanzen, welche in einem Molekül sowohl hydrophobe wie auch hydrophile Gruppen besitzen. Substanzen dieser Art sind beispielsweise in «Encyclopedia of Chemical Technology», Kirk-Othmer, 2nd Edition, Vol. 19 auf den Seiten 508-509 beschrieben. Alle dort erwähnten Verbindungen können im vorliegenden Verfahren eingesetzt werden. Die Einsatzkonzentration ist nicht kritisch und kann beispielsweise 0,0002 bis 0,4 Mol pro Mol Phenol betragen. Als besonders nützlich hat sich Natriumlaurylsulfat erwiesen.

Die Verbindungen der Formel I sind bekannte Zwischenprodukte, u.a. zur Herstellung von Antioxidantien oder Flammenschutzmitteln für Kunststoffe.

Beispiel 1

40 g (1 Mol) Natriumhydroxid werden in 170 ml Wasser, das 1 g Natriumlaurylsulfat enthält, gelöst. Unter Rühren wird die Lösung auf 80°C erwärmt und 103 g (0,5 Mol) 2,4-Di-t.butylphenol zugefügt. Innerhalb von 2 Stunden werden 31 ml einer 30%igen Wasserstoffperoxid-Lösung zugezogen. Nach Abkühlen der Reaktionsmischung wird das Produkt abfiltriert und mit Wasser gewaschen. Das getrocknete Produkt 2,2'-Di-hydroxy-3,3',5,5'-tetra-t.butyl-biphenyl (100,5 g: 98%) schmilzt bei 190-195°C.

Beispiel 1 bis 13

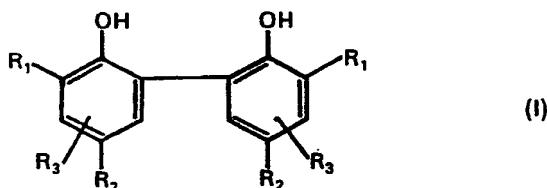
Auf analoge Weise erhält man:

- 45) 2,2'-Dihydroxy-3,3',5,5'-tetra-t.amylbiphenyl (Fp 95°C)
- 50) 3) 2,2'-Dihydroxy-3,3',5,5'-tetra-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)-biphenyl (Fp 145°C)
- 55) 4) 2,2'-Dihydroxy-3,3'-di-t.butyl-5,5'-diisopropyl-biphenyl (Oel, C_{ber} 81,6, C_{gef} 81,2; H_{ber} 10,01, H_{gef} 10,00)
- 60) 5) 2,2'-Dihydroxy-3,3'-di-t.butyl-5,5'-di-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)-biphenyl (Oel, C_{ber} 82,69, C_{gef} 82,2; H_{ber} 11,18, H_{gef} 11,00)
- 65) 6) 1,1,3,3-Tetramethyl-5-hydroxy-6-(1',1',3',3'-tetramethyl-5'-hydroxy-indan-6'-yl)-indan
- 7) 2,2'-Dihydroxy-3,3'-di-t.butyl-5,5'-octadecyloxy-propionyl-biphenyl
- 8) 2,2'-Dihydroxy-3,3'-di-t.butyl-5,5'-dionyl-biphenyl
- 9) 2,2'-Dihydroxy-3,3'-di-vinyl-5,5'-di-t.butyl-biphenyl
- 10) 2,2'-Dihydroxy-3,3'-diphenyl-5,5'-dimethyl-biphenyl

11) 2,2'-Dihydroxy-3,3'-dicyclohexyl-5,5-di-t.butyl-biphenyl
 12) 2,2'-Dihydroxy-3,3'-di-t.butyl-5,5'-dimethylbiphenyl
 13) 2-(1'-hydroxy-4'-t.butyl-2'-naphthyl)-4-t.butyl-1-naphthol.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen von 2,2'-Dihydroxy-biphenyl-Verbindungen der Formel I



worin R₁ und R₂ unabhängig voneinander Wasserstoff, C₁-C₁₈ Alkyl, C₂-C₆ Alkenyl oder ggf. mit einem bis drei C₁-C₄ Alkylresten substituiertes C₅-C₇ Cycloalkyl, Phenyl oder C₇-C₉ Phenylalkyl bedeuten, oder R₁ mit R₃ zusammen einen an die 3,4- beziehungsweise 3',4'-Position gebundenen Butadi-1,3-enyen-1,4-Rest bedeutet, und R₂ ferner eine Gruppe -(CH₂)_nCOOR₄ ist, worin R₄ C₁-C₁₈ Alkyl und n 0, 1 oder 2 bedeutet, und R₃ Wasserstoff oder C₁-C₁₈ Alkyl ist, oder R₂ und R₃, falls R₁ Wasserstoff ist, einen über 4,5- beziehungsweise 4',5'-Stellungen ankondensierten 1,1,3,3-Tetra-methyl-propylenrest bedeuten, dadurch gekennzeichnet, dass man ein Phenol der Formel II



worin die Symbole R₁, R₂ und R₃ die oben angegebene Bedeutung haben, mittels Wasserstoffperoxid in Gegenwart einer starken anorganischen Base oxidativ kuppelt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei in der Formel I R₁ und R₂ Wasserstoff, C₁-C₁₈ Alkyl, Cyclohexyl, Phenyl oder α,α -Dimethylbenzyl sind, und R₃ Wasserstoff ist oder zusammen mit R₂, falls R₁ Wasserstoff ist, einen über die 4,5- beziehungsweise 4',5'-Stellungen ankondensierten 1,1,3,3-Tetramethyl-propylenrest bedeutet.

3. Verfahren nach Anspruch 1, wobei in der Formel I eines von R₁ und R₂ C₁-C₁₈ Alkyl und das andere Wasserstoff oder C₁-C₆ Alkyl bedeutet und R₃ Wasserstoff ist.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Reaktion bei 30 bis 100°C abläuft.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch ge-

kennzeichnet, dass die starke anorganische Base ein Alkali- oder Erdalkali-hydroxid oder -carbonat ist.

5 6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass 1,5 bis 4,0 Mol einer starken anorganischen Base, bezogen auf das eingesetzte Phenol der Formel II, eingesetzt werden.

10 7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Reaktion in einem Lösungsmittel durchgeführt wird.

15 8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Reaktion in Wasser oder C₁-C₄ Alkohol, beziehungsweise deren Gemische mit sich selbst oder mit Wasser, durchgeführt wird.

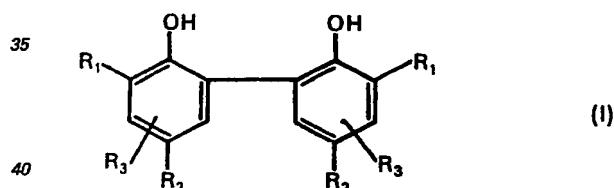
19 9. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Wasserstoffperoxid als wässrige Lösung enthaltend 30-126 Vol% H₂O₂ eingesetzt wird.

20 10. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Reaktion in Gegenwart einer oberflächenaktiven Verbindung durchgeführt wird.

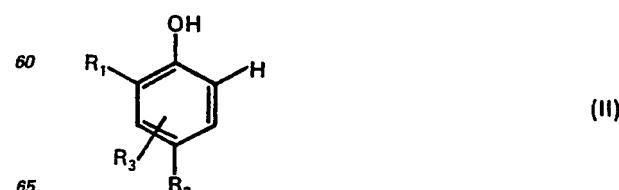
25 11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Reaktion in Gegenwart von Natriumlaurysulfat durchgeführt wird.

Claims

30 1. A process for the production of 2,2'-dihydroxy-biphenyl of the formula I



35 wherein each of R₁ and R₂ independently is hydrogen, C₁-C₁₈alkyl, C₂-C₆alkenyl, or C₅-C₇cycloalkyl, phenyl or C₇-C₉phenylalkyl, each of which is unsubstituted or substituted by one to three C₁-C₄alkyl radicals, or R₁ and R₃ together are a butadi-1,3-enyl-1,4-ene radical which is bonded to the benzene ring in the 3,4 and 3',4'-positions, and R₂ is also a -(CH₂)_nCOOR₄ group, wherein R₄ is C₁-C₁₈alkyl and n is 0, 1 or 2, and R₃ is hydrogen or C₁-C₁₈alkyl, or if R₁ is hydrogen, R₂ and R₃ are a 1,1,3,3-tetramethylpropylene radical which is bonded to the benzene ring in the 4,5- and 4',5'-positions, which process comprises oxidatively coupling a phenol of the formula II



wherein R_1 , R_2 and R_3 are as defined above, with hydrogen peroxide in the presence of a strong inorganic base.

2. A process according to claim 1, wherein R_1 and R_2 are hydrogen, C_1 - C_{18} alkyl, cyclohexyl, phenyl, or α,α -dimethylbenzyl, and R_3 is hydrogen or, if R_1 is hydrogen, R_2 and R_3 together are a 1,1,3,3-tetramethylpropylene radical which is bonded to the benzene ring in the 4,5- and 4',5'-positions.

3. A process according to claim 1, wherein one of R_1 and R_2 in formula I is C_1 - C_8 alkyl and the other is hydrogen or C_1 - C_8 alkyl and R_3 is hydrogen.

4. A process according to claim 1, wherein the reaction is carried out in the temperature range from 30° to 100°C.

5. A process according to claim 1, wherein the strong inorganic base is a hydroxide or carbonate of an alkali metal or alkaline earth metal.

6. A process according to claim 1, wherein 1.5 to 4 moles of a strong inorganic base are employed, based on the phenol of the formula II.

7. A process according to claim 1, wherein the reaction is carried out in a solvent.

8. A process according to claim 7, wherein the reaction is carried out in water or a C_1 - C_4 alcohol, or in a mixture of such alcohols with each other or with water.

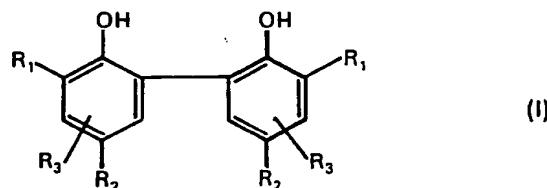
9. A process according to claim 1, wherein the hydrogen peroxide is employed in the form of an aqueous solution containing 30 to 126% by volume of H_2O_2 .

10. A process according to claim 1, wherein the reaction is carried out in the presence of a surface-active compound.

11. A process according to claim 10, wherein the reaction is carried out in the presence of sodium lauryl sulfate.

Revendications

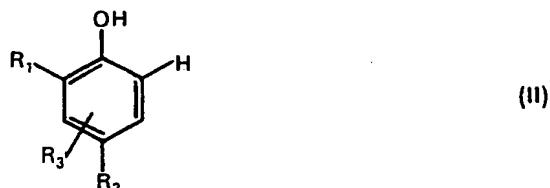
1. Procédé de préparation de dihydroxy-2,2' biphenyles répondant à la formule I



dans laquelle R_1 et R_2 représentent chacun, indépendamment l'un de l'autre, l'hydrogène, un radical alkyle en C_1 - C_{18} , un radical alcényle en C_2 - C_6 ou un radical cyclo-alkyle en C_5 - C_7 , phényle ou phénylalkyle en C_7 - C_9 éventuellement porteur de 1 à 3 radicaux alkyles en C_1 - C_4 , ou R_1 et R_3 forment ensemble un radical butadiène-1,3 ylène-1,4 fixé en position 3,4 ou 3',4', et R_2 est en outre un radical $-(-CH_2)_nCOOR_4$ dans lequel R_4 représente un

5 alkyle en C_1 - C_{18} et n un nombre égal à 0, à 1 ou à 2, et R_3 représente l'hydrogène ou un alkyle en C_1 - C_{18} , ou R_2 et R_3 , dans le cas où R_1 est l'hydrogène, représentent ensemble un radical tétraméthyl-1,1,3,3 propylène condensé en position 4,5 ou 4',5',

10 procédé caractérisé en ce qu'on unit par oxydation un phénol répondant à la formule II



15 dans laquelle les symboles R_1 , R_2 et R_3 ont les significations précédemment données, au moyen du peroxyde d'hydrogène, en présence d'une base minérale forte.

20 2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que, dans la formule I, R_1 et R_2 représentent chacun l'hydrogène, un alkyle en C_1 - C_{18} , un cyclohexyle, un phényle ou un α,α -diméthylbenzyle, et R_3 représente l'hydrogène ou forme avec R_2 , dans le cas où R_1 représente l'hydrogène, un radical tétraméthyl-1,1,3,3 propylène condensé en position 4,5 ou 4',5'.

25 3. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que, dans la formule I, l'un des symboles R_1 et R_2 représente un alkyle en C_1 - C_8 , l'autre représente l'hydrogène ou un alkyle en C_1 - C_8 et R_3 représente l'hydrogène.

30 4. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la réaction est effectuée à une température comprise entre 30 et 100°C.

35 5. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la base minérale forte est un hydroxyde ou un carbonate de métal alcalin ou de métal alcalino-terreux.

40 6. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'on utilise de 1,5 à 4,0 moles d'une base minérale forte, par rapport au phénol de formule II mis en jeu.

45 7. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'on effectue la réaction dans un solvant.

50 8. Procédé selon la revendication 7 caractérisé en ce qu'on effectue la réaction dans l'eau ou dans un alcool en C_1 - C_4 , ou encore dans des mélanges d'alcools de ce genre entre eux ou avec l'eau.

55 9. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le peroxyde d'hydrogène est utilisé sous la forme d'une solution aqueuse contenant de 30 à 126% en volume d' H_2O_2 .

60 10. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la réaction est effectuée en présence d'un composé surfactif.

65 11. Procédé selon la revendication 10 caractérisé en ce que la réaction est effectuée en présence de sulfate de sodium et de lauryle.

THIS PAGE BLANK (USPTO)